

ICS 77.120.99

CCS H 14

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.1—202X

钨基高比重合金化学分析方法
第1部分：钨含量的测定
辛克宁重量法

Methods for chemical analysis of tungsten base, high-density alloys—
Part 1: Determination of tungsten content—
Cinchonine gravimetric method

(报批稿)

202X-XX-XX发布

202X-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T XXXX《钨基高比重合金化学分析方法》的第1部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

- 第1部分：钨含量的测定 辛克宁重量法；
- 第2部分：铁、镍、铜含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：铝、镁、钙含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：国合通用测试评价认证股份公司、国标（北京）检验认证有限公司、北矿检测技术有限公司、酒泉钢铁（集团）有限责任公司、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、湖南航天天麓新材料检测有限责任公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司、研迈电子材料（上海）有限公司。

本文件主要起草人：李甜、李凤艳、孙海峰、张宇鑫、郝俊、方迪、康开斌、杨金明、张碧兰、姚丽娜、李丹、郭飞、熊宁、王玲、王鹏鹏、叶翼鼎。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

引 言

钨基高比重合金由于具有密度高、硬度大、熔点高，出色的耐磨性、高极限抗拉强度、耐高温、同时又具有足够的韧性以及热膨胀系数小、可焊性好等一系列优异的物理、力学性能而在尖端科学领域、国防工业和民用工业中都得到了广泛应用：在航天航空工业中用作陀螺转子、惯性件、飞机配重件；在军事上用作穿甲弹、导弹弹头、在电气工业中用作压电热敏粗砧块材料、触头材料；在压铸工业中用作压铸模材料等。钨基高比重合金的综合性能与其化学成分之间有着密切关系，钨元素是钨基高比重合金中的一种主要元素，有报道指出，当钨含量大于97%时，合金拉伸强度明显下降。辛克宁重量法的准确度高、精密度好、易于操作，是测定常量钨元素的经典化学分析方法。YS/T XXXX旨在通过实验研究建立一整套切实可行的钨基高比重合金化学分析方法标准，拟由以下3个部分组成：

- 第1部分：钨含量的测定 辛克宁重量法；
- 第2部分：铁、镍、铜含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：铝、镁、钙含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件的制定为钨基高比重合金中钨含量的测定提供了重要依据，填补了国内外空白，对于提高检测结果的可靠性和可比性、把控并提高产品质量、扩大应用领域、助力钨基高比重合金产业化发展具有十分重要的作用。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

钨基高比重合金化学分析方法

第1部分：钨含量的测定

辛克宁重量法

1 范围

本文件规定了钨基高比重合金中钨含量的测定方法。
本文件适用于钨基高比重合金中钨含量的测定。测定范围为88.00%~98.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试料经氢氟酸和硝酸溶解后，硼酸络合多余的氟离子，在酸性介质中，钨与辛克宁形成稳定沉淀，将沉淀滤出并灼烧至恒重，计算钨的质量分数，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定滤液中残留钨含量，对结果进行补正。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

- 5.1 水，GB/T 6682，三级。
- 5.2 氢氟酸（ $\rho=1.14\text{ g/mL}$ ）。
- 5.3 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。
- 5.4 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ）。
- 5.5 硼酸饱和溶液：称取200 g硼酸于2000 mL烧杯中，加入约1000 mL温水，不断搅拌直至硼酸不再溶解。冷却，静置，取上层饱和溶液。
- 5.6 辛克宁溶液（100 g/L）：称取10 g辛克宁，用盐酸（1+1）溶解，并用盐酸（1+1）稀释至100 mL。
- 5.7 辛克宁洗液（3 g/L）：移取30 mL辛克宁溶液（5.6），用水稀释至1000 mL。
- 5.8 钨标准贮存溶液：称取1.260 g经750℃灼烧过的纯三氧化钨（ $w_{\text{WO}_3}\geq 99.95\%$ ），置于250 mL烧杯中，加入20 mL氢氧化钠溶液（200 g/L），微热至溶解完全，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含1 mg钨。
- 5.9 钨标准溶液：移取10.00 mL钨标准贮存溶液（5.8），置于100 mL塑料容量瓶中，加入6 mL硝酸（5.3），2 mL氢氟酸（5.2），用水定容、混匀。此溶液1 mL含100 μg 钨。也可采用能够量值溯源的有证标准溶液。

5.10 滤纸浆。

5.11 氩气（体积分数不小于 99.99%）。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，具备耐氢氟酸进样系统。仪器的实际分辨率在 200 nm 处光谱分辨率应小于 0.007 nm，400 nm 处光谱分辨率应小于 0.01 nm；测量 10 次最高浓度的标准溶液的净光强，计算其标准偏差，其相对标准偏差应小于 1%。钨的推荐分析谱线波长为 207.912 nm。

6.2 高温炉，工作温度不低于 800 °C。

7 样品

样品为厚度不大于 1 mm 的碎屑。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.20 g 的样品（7），精确至 0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于聚四氟乙烯烧杯中，沿壁吹入少量水，加入 3 mL 氢氟酸（5.2）和 3 mL 硝酸（5.3），置于温度不高于 300 °C 电热板上加热至溶解完全，取下，冷却至室温。

8.4.2 将溶液转移至盛有 30 mL 硼酸饱和溶液（5.5）的 400 mL 玻璃烧杯中，加入 10 mL 盐酸（5.4），加水至 150 mL~200 mL，盖上表面皿，于电热板上加热至微沸 1h，缓慢加入 5 mL 辛克宁溶液（5.6）和少量滤纸浆（5.10），充分搅拌后于 80 °C 左右保温约 4 h 或室温放置过夜。

8.4.3 用慢速定量滤纸过滤，用湿润的滤纸擦拭杯壁使沉淀完全转移，滤液收集于 500 mL 玻璃容量瓶中，用辛克宁洗液（5.7）洗涤沉淀 7 次以上。

8.4.4 将沉淀及滤纸置于已恒重的坩埚中，灰化，于 800 °C 的高温炉内灼烧 1 h 取出，置于干燥器中冷却至室温，称量。反复灼烧至恒重。

8.4.5 滤液及洗液用水定容至 500 mL，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在推荐的分析谱线波长（207.912 nm）和选定的仪器测定条件下测量钨的发射强度。从相应的工作曲线上查得溶液中钨的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 准确移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 钨标准溶液（5.9）于一组 100 mL 塑料容量瓶中，加入 3 mL 氢氟酸（5.2）和 3 mL 硝酸（5.3），用水稀释至刻度，摇匀。

8.5.2 将系列标准溶液（8.5.1）引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中，以氩气（5.11）作为载气，在推荐的分析谱线波长（207.912 nm）和选定的仪器测定条件下，测量系列标准溶液中钨元素的发射强度。以钨的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

9 试验数据处理

钨含量以钨的质量分数 w 计，按公式（1）计算：

$$w = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot k + \rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m_1 ——坩埚和灼烧后沉淀的质量，单位为克（g）；
- m_2 ——坩埚的质量，单位为克（g）；
- m_3 ——坩埚和随同试料空白的质量，单位为克（g）；
- m_4 ——随同试料空白的坩埚质量，单位为克（g）；
- k ——氧化钨换算为钨的换算系数，为 0.7930；
- ρ ——滤液中钨的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V ——滤液的体积，单位为毫升（mL）；
- m ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表1给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）的情况不超过5%，重复性限（ r ）按表1数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表 1 重复性限

$w/\%$	89.89	92.52	94.66	96.94
$r/\%$	0.44	0.52	0.55	0.58

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表2给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过5%，再现性限（ R ）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表 2 再现性限

$w/\%$	89.89	92.52	94.66	96.94
$R/\%$	0.57	0.60	0.66	0.69

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- a) 样品；
- b) 本文件编号；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 与基本分析步骤的差异；
- e) 测定中观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

附 录 A
(资料性)
精密度试验原始数据

精密度数据是在 2022 年由 7 家实验室对钨含量的 4 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的钨含量在重复性条件下独立测定 11 次。测定的原始数据见表 A. 1。

表 A. 1 精密度试验原始数据

实验室	样品水平	w/%										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1#	89.69	89.74	89.89	89.88	89.68	90.09	89.73	89.77	89.67	89.93	89.72
	2#	92.59	92.43	92.38	92.74	92.66	92.36	92.42	92.58	92.79	92.53	92.47
	3#	94.78	94.59	94.52	94.85	94.94	94.81	94.93	94.89	94.72	94.66	94.98
	4#	96.62	96.89	96.93	97.11	97.14	96.97	97.14	96.92	96.77	97.12	96.77
2	1#	89.48	89.64	89.51	89.69	89.84	90.09	89.79	89.57	89.75	89.87	90.06
	2#	92.58	92.81	92.55	92.64	92.48	92.44	92.78	92.91	92.85	92.59	92.68
	3#	94.69	94.61	94.76	94.88	94.82	94.76	94.69	94.68	94.52	94.48	94.36
	4#	96.54	96.68	97.04	97.09	97.14	96.85	96.87	96.91	96.78	96.68	97.03
3	1#	89.77	89.85	90.01	89.98	89.85	89.77	89.91	89.90	89.98	89.80	89.76
	2#	92.42	92.34	92.57	92.67	92.65	92.55	92.68	92.74	92.59	92.42	92.48
	3#	94.73	94.94	94.67	94.63	94.46	94.47	94.56	94.73	94.57	94.50	94.38
	4#	96.62	96.77	96.57	96.79	96.74	97.04	96.87	96.73	96.93	96.98	97.00
4	1#	90.01	90.25	89.86	90.26	90.22	89.96	89.92	90.38	90.15	90.18	89.82
	2#	93.06	92.85	92.92	92.79	92.83	92.86	92.96	92.75	92.69	93.10	92.85
	3#	95.36	95.49	95.02	95.43	95.43	95.37	95.10	95.08	95.24	95.32	95.10
	4#	97.01	96.77	97.17	97.15	97.19	96.87	97.08	96.96	96.88	97.08	97.14
5	1#	89.75	89.69	89.87	90.03	89.78	90.01	89.85	89.74	89.65	89.97	89.74
	2#	92.55	92.40	92.63	92.74	92.45	92.33	92.53	92.57	92.72	92.48	92.43
	3#	94.77	94.56	94.68	94.91	94.86	94.80	94.91	94.85	94.78	94.96	94.65
	4#	96.68	96.79	96.91	97.04	97.11	96.95	97.08	96.87	96.75	97.09	96.86
6	1#	89.34	89.48	89.57	89.67	89.05	89.63	89.86	89.25	89.51	89.62	89.49
	2#	92.46	92.25	92.42	92.05	92.71	92.35	92.65	92.94	92.75	92.45	92.63
	3#	93.99	94.35	94.21	94.46	94.31	94.74	94.23	94.54	94.94	94.74	94.45
	4#	95.87	96.27	96.46	96.51	96.22	96.40	96.24	96.02	96.69	96.07	96.88
7	1#	90.13	90.02	90.15	90.23	90.07	89.68	89.84	90.28	89.77	90.11	90.23
	2#	92.35	92.01	92.14	92.22	92.44	92.55	91.99	92.01	92.58	92.59	92.36
	3#	95.35	95.11	95.06	95.16	95.29	94.77	95.05	95.12	95.24	94.77	94.79
	4#	97.19	97.28	97.15	96.80	96.88	96.74	97.01	97.33	96.76	97.24	97.19